



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 057 110** ⁽¹³⁾ **C1**

(51) МПК⁶ **C 07 C 39/06, 37/80**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 93009969/04, 26.02.1993

(46) Дата публикации: 27.03.1996

(56) Ссылки: 1. Воль-Эпштейн. Нефтепереработка и нефтехимия. М.: ЦНИИТЭнефтехим, 1965, N 10, с.37. 2. Авторское свидетельство СССР N 139662, кл. C 07C 39/06, 1961.

(71) Заявитель:

Акционерное общество открытого типа
"Уфаоргсинтез"

(73) Патентообладатель:

Акционерное общество открытого типа
"Уфаоргсинтез"

(54) СПОСОБ ОБЕССОЛИВАНИЯ ФЕНОЛЬНОЙ СМОЛЫ

(57) Реферат:

Использование: очистка от солей фенольной смолы - отхода производства фенола и ацетона через гидроперекись кумола. Сущность изобретения: фенольную смолу разбавляют водой и диизопропиловым эфиром или изопропилбензолом в мас. отношении смола: эфир: вода, равном 1 : 0,9

: 0,6, или смола: изопропил: вода - 1 : 1,5 : 0,6 и ведут экстракцию водой при 20 - 60°C в несколько ступеней, причем на одной из промежуточных ступеней добавляют серную кислоту до pH органического слоя не более 7. Обеспечивают рецикл водных слоев. 1 з. п. ф-лы, 1 ил.

RU 2 057 110 C1

RU 2 057 110 C1



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 057 110** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) Int. Cl.⁶ **C 07 C 39/06, 37/80**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 93009969/04, 26.02.1993

(46) Date of publication: 27.03.1996

(71) Applicant:

**Aksionernoe obshchestvo otkrytogo tipa
"Ufaorgsintez"**

(73) Proprietor:

**Aksionernoe obshchestvo otkrytogo tipa
"Ufaorgsintez"**

(54) **PROCESS FOR DESALTING PHENOL RESIN**

(57) Abstract:

FIELD: production of phenol and acetone.
SUBSTANCE: phenol resin is diluted with water and disopropyl ether or isopropyl benzene in resin: ether: water weight ratio of 1:0.9:0.6, or resin: isopropyl: water weight ratio of 1:1.5:0.6, and extraction

with water is carried out at 20-60 C in several steps, sulfuric acid being added at one of the intermediate steps to adjust the pH of the organic layer to not greater than 7. Aqueous layers are recycled. EFFECT: more efficient desalting process. 2 cl, 1 dwg

RU 2 0 5 7 1 1 0 C 1

RU 2 0 5 7 1 1 0 C 1

Изобретение относится к переработке и утилизации отходов производства фенола и ацетона, в частности к обессоливаю фенольной смолы.

В процессе производства фенола и ацетона кумольным методом в качестве отходов образуется фенольная смола или любые ее фракции, которые содержат до 2 мас. минеральные соли и механические примеси.

Известно, что большинство способов переработки и утилизации фенольной смолы требуют предварительной ее очистки от солей. Обессоленный продукт различной степени очистки может быть использован в производстве сажи, кокса, фенолформальдегидных смол, битума, а также в качестве жидкого топлива.

Известен способ обессоливания фенольной смолы 10%-ным раствором серной кислоты [1 и 2] При этом часть присутствующих в фенольной смоле солей, представляющих собой феноляты натрия и железа, превращается в соли серной кислоты и вместе с основной массой сульфата натрия переходит в водный раствор серной кислоты. Процесс проводят при 50-60 °С. Соотношение фенольной смолы и раствора кислоты составляет 1-0,5 по объему.

К недостаткам предлагаемого способа обессоливания фенольной смолы относятся следующие:

применение большого количества серной кислоты, удорожание процесса; появление большого количества промышленных стоков, загрязненных продуктами нейтрализации серной кислоты; повышенная коррозия технологического оборудования, необходимость использования дорогостоящих антикоррозионных покрытий.

В целях обеспечения экологически более безопасной технологии, сокращения потребления реагентов таких, как серная кислота, нейтрализующего агента (NaOH, Na₂CO₃ и др.), уменьшения опасности коррозии оборудования, применения более простых и дешевых материалов для его изготовления предлагается новый способ обессоливания фенольной смолы путем многоступенчатой экстрактивной обработки смолы водой в присутствии растворителя диизопропилового эфира или изопропилбензола (кумола).

Способ заключается в том, что фенольную смолу подвергают многоступенчатой противоточной экстракции водой в присутствии растворителя диизопропилового эфира или изопропилбензола при следующем массовом соотношении: фенольная смола ДИПЭ вода 1:0,9:0,6, или фенольная смола: ИПБ вода 1:1,5:0,6. В качестве воды используют паровой конденсат.

Соотношение расходов фенольной смолы, растворителя и воды зависит от состава фенольной смолы, содержания в ней солей, выбора растворителя и определяется необходимостью поддержания расчетных плотностей и вязкости углеводородной и водной фаз в разделительных емкостях.

Во избежание образования стойких эмульсий pH рабочей среды в процессе обессоливания должно быть не более 7. Поскольку pH фенольной смолы колеблется в пределах 5-10 ед. предусматривается периодическая дозировка серной кислоты в

зону перемешивания исходной смеси фенольной смолы, растворителя и воды.

На чертеже изображена схема установки для реализации предлагаемого способа.

5 Фенольная смола в количестве 2500 кг/ч и температурой 80-90°С поступает в холодильник 1, в котором охлаждается водой до 40-50°С, и далее направляется в емкость с мешалкой 2. В трубопровод фенольной смолы или непосредственно в емкость с мешалкой 2 непрерывно подают насосом N 20 2250 кг/ч диизопропилового эфира из промежуточной емкости 19. Уровень в емкости поддерживается постоянным и в случае потерь ДИПЭ в эту емкость для пополнения закачивают свежий ДИПЭ. Смесь фенольной смолы и ДИПЭ перетекает в емкость с мешалкой 3, в которой интенсивно перемешивается с водой 2-й ступени экстракции, которая в количестве 1150 кг/ч перекачивается насосом 6 из емкости 8. 10 Полученная смесь перетекает во флорентийский сосуд 7, в котором расслаивается на две фазы органическую, частично очищенную от солей, и водную, загрязненную солями и органическими примесями. Водную фазу направляют на узел очистки сточных вод от органических примесей. 15

Органическая фаза в количестве 4750 кг/ч поступает в емкость с мешалкой 5, где смешивается с водой третьей ступени экстракции. Воду подают насосом 13 в количестве 1500 кг/ч из емкости 12. В 20 емкость с мешалкой предусмотрена автоматическая подача 93%-ной серной кислоты. Действия автоматического устройства на серной кислоте связаны с показаниями pH-метра, с помощью которого определяется pH среды в емкости 8. Из 25 емкости с мешалкой 5 после интенсивного перемешивания смесь фенольной смолы, ДИПЭ и воды перетекает во флорентийский сосуд 7. После расслоения в сосуде водная фаза через сифонное устройство поступает в емкость 8, откуда насосом 6 перекачивается на первую ступень экстракции в емкость с мешалкой 3. Таким образом создается противоток и сохраняется соотношение между органической и водной фазами. 30 Органическая фаза в количестве 4750 кг/час поступает в емкость с мешалкой 9, где смешивается с паровым конденсатом, поступающим из заводской сети в количестве 1500 кг/ч через холодильник 10. С помощью 35 холодильника 10 предусмотрено охлаждение парового конденсата от 90-95°С до 40-50°С. Из емкости с мешалкой 9 смесь компонентов перетекает в флорентийский сосуд 11. После расслоения водная фаза в количестве 1500 кг/ч через сифонное устройство перетекает в 40 емкость 12, откуда насосом 13 подается в емкость с мешалкой 5 на вторую ступень 45 экстракции. Органическая фаза, свободная от солей, поступает в емкость 14, откуда насосом 15 подается на питание ректификационной колонны 16. Отгонку 50 растворителя производят греющим паром давлением 15-16 кг/см² через выносной кипятильник 17. Для снижения потерь ДИПЭ с кубовым продуктом (фенольная смола) в нижнюю часть колонны подают 40-50 кг/ч 55 острого пара. Пары верха колонны направляются в водяной теплообменник, где конденсируются и далее собираются в

емкости 19. Часть из них подают в виде флегмы в верхнюю часть колонны, а балансовое количество 2250 кг/ч насосом 20 откачивают в начальную часть технологической схемы на смешение с исходной фенольной смолой. Тем самым обеспечивается рецикл необходимого количества растворителя для того, чтобы обеспечить постоянным соотношением между фенольной смолой и ДИПЭ на уровне 1-0,9 по массе.

При использовании в качестве растворителя изопропилбензола в кубовой жидкости колонны 16 изопропилбензол достигает 40% и его отгон производят на дополнительной вакуумной ректификационной колонне.

Кубовую жидкость колонны 16 обессоленную фенольную смолу откачивают насосом 21 на последующую переработку или в виде товарного продукта отправляют на склад.

Содержание солей в фенольной смоле на выходе с установки составляет менее 0,01 мас. (степень очистки 99,0% содержание ионов Na не более 0,003 мас.).

Для подбора оптимальной температуры экстракции были проведены лабораторные испытания. Результаты испытаний проиллюстрированы примерами.

Пример 1. Фенольную смолу плотностью ρ 1,09 г/см³ и содержанием солей 1,96 мас. в количестве 100 г смешивают предварительно с 90 г ДИПЭ и далее обрабатывают 60 г воды по схеме противоточной трехступенчатой экстракции при 20°C. Соотношение компонентов на каждой ступени выдерживают в мас. долях в пределах 1:0,9:0,6. Остаточное содержание солей в органическом слое 0,017 мас. в пересчете на фенольную смолу. Степень очистки от солей 99,1%

Пример 2. Процесс проводят

аналогично примеру 1, но температура экстракции 60°C. Степень очистки от солей 98,7%

Пример 3. Процесс проводят аналогично примеру 1, но температура экстракции 75°C. Степень очистки от солей 97,4%

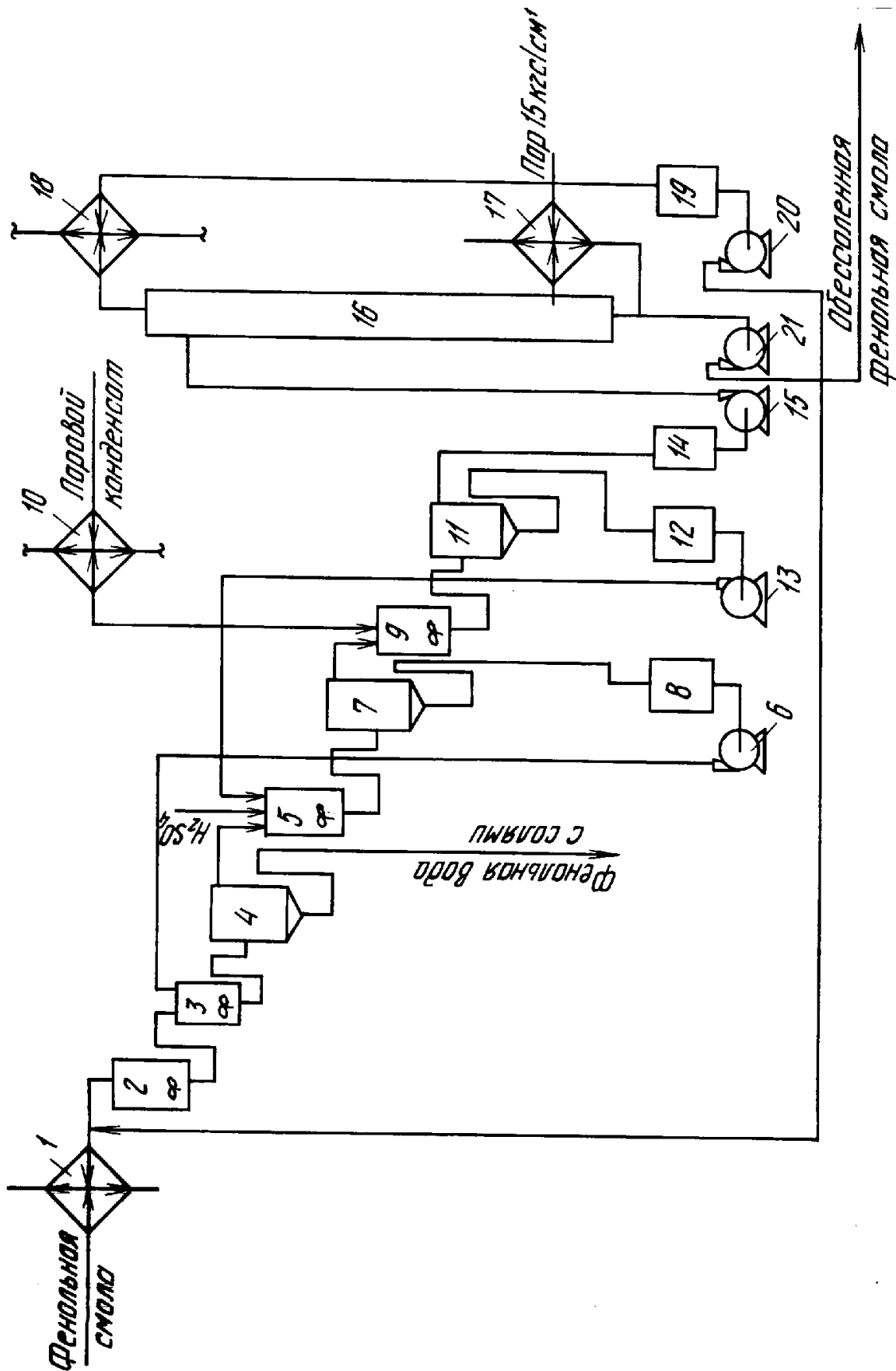
Понижение температуры экстракции ниже 20°C энергетически нецелесообразно. Повышение температуры экстракции выше 60°C приводит к образованию третьего промежуточного слоя (эмульсии) и повышению его стойкости.

Формула изобретения:

1. СПОСОБ ОБЕССОЛИВАНИЯ ФЕНОЛЬНОЙ СМОЛЫ непрерывной многоступенчатой экстракцией водой в присутствии серной кислоты при 20 - 60°C с последующим разделением водного и органического слоев, отличающийся тем, что в фенольную смолу в качестве органического растворителя предварительно добавляют диизопропиловый эфир или изопропилбензол, а серную кислоту дозируют на одной из промежуточных ступеней экстракции в количестве, обеспечивающем pH органического слоя не более 7, при этом из системы выводят основную часть водного слоя после первой ступени экстракции и обеспечивают рецикл водных слоев на последующих ступенях экстракции, кроме того, органический слой с последующей ступени экстракции направляют в дистилляционную колонну, в которой растворитель отделяют от обессоленной смолы и затем повторно используют на первой ступени экстракции.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что экстракцию ведут при массовом отношении смола: диизопропиловый эфир : вода = 1 : 0,9 : 0,6 или смола : изопропилбензол : вода = 1 : 1,5 : 0,6.

RU 2057110 C1



RU 2057110 C1